

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-217388

(43)Date of publication of application : 30.08.1990

(51)Int.Cl.

C30B 15/14  
H01L 21/208

(21)Application number : 01-034736

(71)Applicant : OSAKA TITANIUM CO LTD  
KYUSHU ELECTRON METAL CO LTD

(22)Date of filing : 14.02.1989

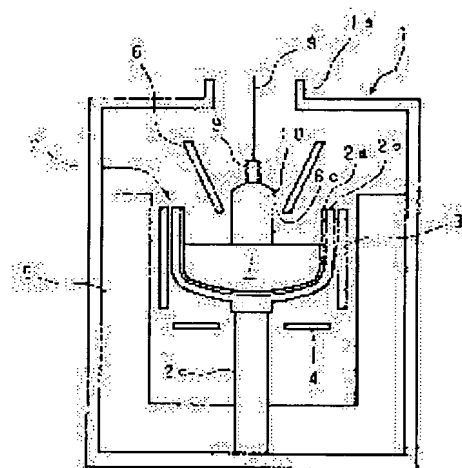
(72)Inventor : KURAMOCHI KAORU  
KITAURA KIICHIRO  
ITO MASATO

## (54) PRODUCTION OF SINGLE CRYSTAL

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To uniformize the oxygen concentration in the crystal growth direction and radial direction of a single crystal by controlling the output of each heating means placed close to the circumference and the bottom of a crucible.

**CONSTITUTION:** A raw material for crystal is charged into a crucible 2 and melted to molten liquid 7 by a side heater 8 and a bottom heater 4. A seed crystal 9 is dipped into the molten liquid 7 and lifted under rotation to start the growth of a crystal 10. The control of the output of the side heater 3 and the bottom heater 4 is started simultaneous to the start of crystal growth and continued until the pulling up of the single crystal 10 is completed.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

第2681115号

(45) 発行日 平成 9 年(1997) 11月26日

(24) 登録日 平成 9 年(1997) 8月 8 日

(51) Int.Cl.<sup>8</sup>

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C 3 0 B 15/14

C 3 0 B 15/14

請求項の数 1 (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平 1 - 34736

(22) 出願日 平成 1 年(1989) 2 月14日

(65) 公開番号 特開平 2 - 217388

(43) 公開日 平成 2 年(1990) 8 月30日

(73) 特許権者 999999999

住友シチックス株式会社

兵庫県尼崎市東浜町 1 番地

(72) 発明者 倉持 薫

兵庫県尼崎市東浜町 1 番地 大阪チタニ

ウム製造株式会社内

(72) 発明者 北浦 喜一郎

兵庫県尼崎市東浜町 1 番地 大阪チタニ

ウム製造株式会社内

(72) 発明者 伊藤 誠人

兵庫県尼崎市東浜町 1 番地 大阪チタニ

ウム製造株式会社内

(74) 代理人 弁理士 河野 登夫

審査官 徳永 英男

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 単結晶製造方法

1

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 単結晶の引上領域を除く他の部分を覆う状態で遮蔽部材を配設した坩堝から CZ 法により単結晶を引上げる過程で、単結晶中の酸素濃度を調節すべく、坩堝の周囲、底部に臨ませた各加熱手段の出力を制御することを特徴とする単結晶製造方法。

【発明の詳細な説明】

〔産業上の利用分野〕

本発明はチョクラルスキー法 (CZ 法) により製造される単結晶の結晶成長方向及び径方向における酸素濃度の均一化を可能とした単結晶の製造方法に関する。

〔従来の技術〕

一般にチョクラルスキー法 (CZ 法) による単結晶の製造は、例えばチャンバ内に配した坩堝内に結晶用原料を投入し、これをヒータにて加熱溶解せしめた後、この溶

2

融液中に種結晶を浸し、これを回転させつつ上方に引上げて種結晶下端に単結晶を成長せしめることによって行われている。

ところで、例えばシリコン単結晶基板を用いて半導体集積回路を製造する場合、製造過程で極微量の重金属の汚れを浄化する、所謂 IG (Intrinsic Gettering) 効果を得るためにシリコン単結晶基板には適正な酸素含有量が必要とされる。

従ってシリコン単結晶を製造する過程ではその結晶成長方向及び単結晶の径方向に適正な濃度で均一に酸素を含有させる必要があり、このためには坩堝内における結晶原料の熔融液中、特に単結晶成長領域中の酸素濃度を一定に維持することが必要とされる。

ところで坩堝内における酸素の殆んどは結晶原料である多結晶シリコンを石英坩堝内で熔融する過程で石英坩

坩堝表面からシリコン熔融液中へ供給され、坩堝の回転による熔融液の強制対流、坩堝内の熔融機の内部温度差による熱対流により熔融液中に攪拌され、熔融液表面から蒸発される外、一部は単結晶の成長界面に運ばれて単結晶中に取り込まれることとなる。

従って坩堝内における熔融液量が多く、石英坩堝との接触面積が大きい結晶成長開始の初期においては熔融液中の酸素濃度が高く、単結晶の成長が進み坩堝内の熔融液量が減少するに伴って熔融液と石英坩堝との接触面積が減少し、熔融液中の酸素濃度が低下してゆく傾向があり、単結晶中の酸素濃度も結晶成長開始の初期には概ね高く、単結晶の成長が進むに従って低下しする。

しかし、このような関係は必ずしも一元的ではなく、坩堝内の熔融液量の外に石英溶解量、溶出酸素を運ぶ熔融液の流れ、一酸化ケイ素の形で蒸発する酸素の蒸発量等と関連し、しかも石英溶解量は反応温度、換言すればヒータから坩堝に対する加熱分布によって、また熔融液の対流は単結晶の直径、熔融液温度分布、或いは坩堝、単結晶の回転速度によって、更に酸素の蒸発量はチャンバ内の圧力、Ar流速等の影響を受けることが知られており、これらの要因が複雑に交錯して単結晶の酸素濃度が決まるため結晶開始時から終了時までこれを一定に維持することは極めて難しい。

この対策として坩堝の回転速度と単結晶中の酸素濃度との関係に着目し、坩堝の回転数を原料熔融液量に関連させて変化させ、石英坩堝と熔融液との相対速度を変えて、熔融液に対する強制対流により石英坩堝表面の酸素の拡散境界層の厚みを調節して熔融液中の酸素濃度、換言すれば単結晶中の酸素濃度を制御する方法（特開昭57-27996号、特開昭57-135796号）、或いは坩堝の周囲に複数個のヒータを配設し、このヒータに対する電力の供給比率を調節し、坩堝内に結晶原料の一部を固体の状態で存在させつつ単結晶を成長させ、石英と熔融液との接触面積、熔融液温度を変化させる方法が提案されている（特開昭62-153191号）。

〔発明が解決しようとする課題〕

しかし前者の方法は、単結晶中の酸素濃度の均一性が若干向上することは認められるものの本発明者の実験によっても結晶中酸素濃度変動幅を所定以下に維持することが出来ない。

また後者の方法は、結晶原料の融解、凝固の繰り返しに坩堝に大きな剪断応力を与えることとなり、坩堝が破損することがある等の問題があった。更にこれらの方法を、坩堝内へのシリコン酸化物の落下防止、坩堝熔融液からの輻射熱が単結晶に与える影響の防止機能、並びにチャンバ内のガスの整流機能を備えた遮蔽部材を用いた単結晶製造装置に適用すると坩堝内における熔融液の高温域が坩堝内の上方へ移行し、相対的に石英坩堝下方の温度が低下するため石英坩堝底部から溶け込む酸素量が減少し、単結晶中に取り込まれる酸素濃度が低下し、溶

融液の強制対流等の手段は高い酸素濃度を制御することが出来なくなるという問題があった。

第5図は坩堝（石英坩堝）と熔融液との接触点における温度分布を示しており、横軸に温度（℃）を、また縦軸に石英坩堝の高さ方向位置をとって示しており、グラフ中○印でプロットしてあるのは遮蔽部材が有る場合、△印でプロットしてあるのは遮蔽部材がない場合を示している。

このグラフから明らかなように、遮蔽部材を用いたときは坩堝内の熔融液中の高温域が上方にシフトし、坩堝底の温度が低下していることが解る。

本発明はかかる事情に鑑みなされたものであって、その目的とするところは遮蔽部材を用いた設備においても結晶成長の開始から終了に至る過程で単結晶の成長方向における酸素濃度を精細に制御し得るようにした単結晶製造方法を提供するにある。

〔課題を解決するための手段〕

本発明に係る単結晶の成長方法は、単結晶の引上領域を除く他の部分を覆う態様で熱遮蔽部材を配設した坩堝からCZ法により単結晶を引上げる過程で、単結晶中の酸素濃度を調節すべく、坩堝の周囲、底部に臨ませた各加熱手段の出力を制御する。

〔作用〕

本発明にあつてはこれによって単結晶の成長領域に対して供給される酸素量をその領域内で単結晶の引上率の如何にかかわらず精細に制御することが可能となる。

〔実施例〕

以下本発明をその実施例を示す図面にに基づき具体的に説明する。

第1図はシリコン単結晶の製造に本発明方法を適用した場合を示す模式的縦断面図であり、図中1はチャンバ、2は坩堝、3はサイドヒータ、4はボトムヒータ、5は保温材、6は遮蔽部材を示している。

チャンバ1の内部中央に坩堝2が配設され、この坩堝2と保温材5との間にサイドヒータ3が、また坩堝2の下部にボトムヒータ4が夫々配設され、更に坩堝2及びサイドヒータ3の上方にわたって遮蔽部材6が配設されている。坩堝2は石英製の内坩堝2aの外周にグラファイト製の外坩堝2bを配した二重構造に構成されており、その底部中央にはチャンバ1の底壁を貫通させた軸2cの上端が連結され、該軸2cにて回転させつつ昇降せしめられるようになっている。サイドヒータ3は円筒形に形成されて坩堝2の側周壁を囲む態様で、またボトムヒータ4は円環形に形成され、坩堝2の底部下方に10～100mmの間隔を隔てて軸2cの回りに夫々上、下方向の位置変更可能に配設されており、夫々独立して出力制御が可能となっている。

第2図はボトムヒータ4の模式的平面図であり、円環形をなしており、ヒータ線4aが内、外周縁間で蛇行させて配設されている。

遮蔽部材 6 は、逆円錐台形に構成（支持枠は図示せず）してなり、この状態では単結晶 9 の引上領域を除く坩堝上の他の部分及びサイドヒータ 3 の上方を覆い、また逆円錐台形部 6b の下端は坩堝 2 内の熔融液 7 上に臨み、凝固したシリコン酸化物が坩堝内に落下するのを防止し、坩堝 2、熔融液、サイドヒータ 3、ボトムヒータ 4 の輻射熱を遮断し、更にチャンバ 1 内にその上方から通される Ar 等のキャリアガスを坩堝 2 内の中央に導き、熔融液表面に沿って中央から周縁部側に向けて通流させ、熔融液からの蒸発ガスを坩堝 2 の周縁から外方に排出し、チャンバ 1 の下部に設けた図示しない排気口側に導くようになっている。

チャンバ 1 の上部壁中央にはチャンバ 1 内への雰囲気ガスの供給筒を兼ねる単結晶の保護筒 1a が立設され、保護筒 1a の上方には回転、昇降機構（図示せず）に連繋された引上げ軸 8 の上端が連結されている。引上軸 8 の下端にはチャックに挾持させた種結晶 9 が吊設され、この種結晶 9 を坩堝 2 内の熔融液 7 になじませた後、回転させつつ上昇させることによって、種結晶 9 の下端にシリコンの単結晶 10 を成長せしめるようになっている。

而してこのような本発明方法にあつては、先ず坩堝 2 内に結晶用原料を装入し、サイドヒータ 3、ボトムヒータ 4 を用いて熔融した後、熔融液 7 に種結晶 9 を浸漬し、種結晶 9 を回転させつつ上昇させ、単結晶 10 の成長を開始するが、この単結晶 10 の成長開始と同時にサイドヒータ 3、ボトムヒータ 4 の出力制御を開始し、単結晶 10 の引き上げ終了まで継続する。

第 3 図はサイドヒータ 3、ボトムヒータ 4 の出力比率（％）を示すグラフであり、横軸に単結晶の引上率を、また縦軸にボトムヒータ出力比率（％）をとって示してある。グラフ中実線はサイドヒータ 3 の、また破線はボトムヒータ 4 の出力比率を示している。このグラフから明らかなように、単結晶の成長開始直後にはサイドヒータの出力比率（％）を 100％とし、その後漸次低下させて引上率 0.2 で 80％とし、引上率 0.6 までの間に 70％に迄低減し、その後引上率 0.7 迄はその状態を維持した後引上率 0.7 以上で僅かに増大させる。逆にサイドヒータの出力比率は成長開始後、引上率 0.2 迄の間に 0 から漸次増大させて 20％に高め、更に引上率 0.6 迄の間に 30％に

漸増し、そのままの状態では引上率が 0.7 に達するところから引上率 0.8 迄の間は僅かに漸減させる。

#### 〔試験例〕

第 1 図に示した如き設備（坩堝直径 16 インチ）を用い、単結晶中酸素濃度目標値を  $16 \times 10^{17}$  atm/cm<sup>3</sup> とし、坩堝 2 を一定速度で回転させ、直径 16 インチの単結晶を引き上げ、その間引上率に応じて第 3 図に示す如き出力パターンでサイドヒータ 3 及び坩堝 2 の底から 20mm 下方に配したボトムヒータ 4 の各出力配分を制御し、坩堝 2 の回転中心から 100～300mm の部分を集中的に加熱しつつ単結晶を製造させ、得られた単結晶についてその成長方向の酸素濃度を検出した。

結果は第 4 図に示す如くである。第 4 図は横軸に引上率を、また縦軸に酸素濃度をとって示してあり、このグラフから明らかな如く略目標値に近い酸素濃度であつて、しかも引上率 0.75 で ± 3 % 以内の酸素濃度分布が得られた。

なお、上述した実施例では坩堝 2 の周壁、底部に夫々単一のサイドヒータ 3、ボトムヒータ 4 を設けた構成について説明したが、何らこれに限定するものではなく、各複数個のヒータを設け、夫々の出力を制御することとしてもよいことは勿論である。

#### 〔効果〕

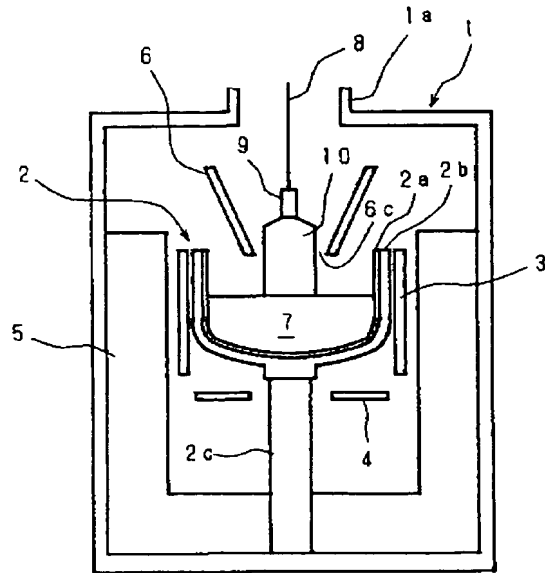
以上の如く本発明方法にあつては、坩堝の周囲、底部の加熱手段の出力を制御することとしているから、遮蔽部材を用いた単結晶製造設備に適用して、単結晶の成長方向において目標酸素濃度をばらつきなく得られる優れた効果を奏するものである。

#### 【図面の簡単な説明】

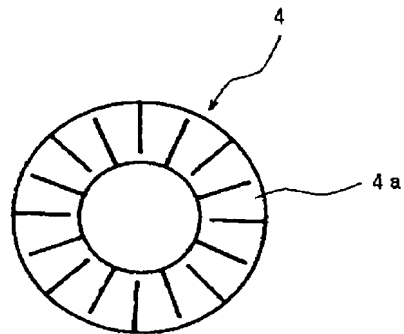
第 1 図は本発明方法の実施状態を示す模式図、第 2 図は本発明方法の実施に用いたボトムヒータの模式的平面図、第 3 図は本発明方法におけるヒータの出力制御パターンを示すグラフ、第 4 図は本発明方法に依った場合の単結晶の成長方向における酸素濃度分布を示すグラフ、第 5 図は坩堝内熔融液温度分布に対する遮蔽部材の影響を示すグラフである。

1 ……チャンバ、2 ……坩堝、2a ……内坩堝、2b ……外坩堝、3 ……サイドヒータ、4 ……ボトムヒータ、6 ……遮蔽部材、9 ……種結晶、10 ……単結晶

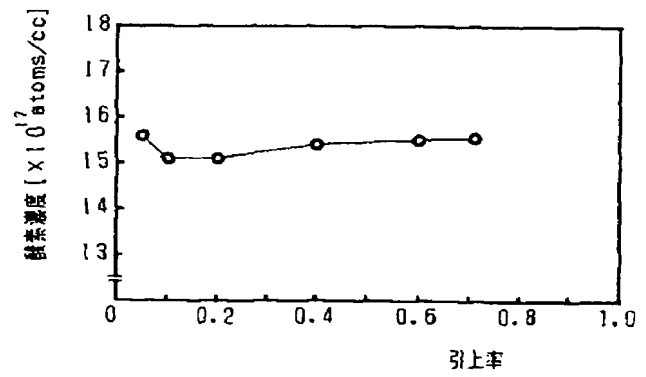
【第1図】



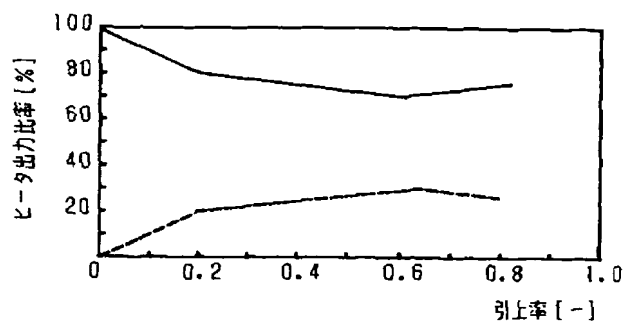
【第2図】



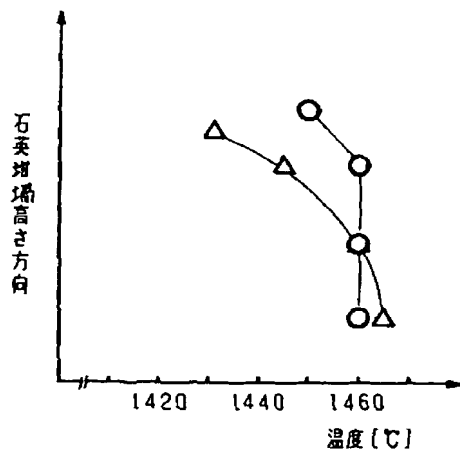
【第4図】



【第3図】



【第5図】



## フロントページの続き

- (56) 参考文献    特開   昭62-153191 ( J P, A )  
                  特開   昭60-46993 ( J P, A )  
                  特開   平 1 - 93489 ( J P, A )  
                  特開   昭59-13695 ( J P, A )  
                  特開   昭57-135796 ( J P, A )  
                  特開   昭60-239389 ( J P, A )  
                  特開   昭63-159285 ( J P, A )  
                  特開   昭62-119189 ( J P, A )